Chapitre 2.1.5
Les métaux et matériaux ferreux

Stéphanie LEROY(1), Alexandre DISSER(2), Philippe DILLMANN(3)

(1)(2)(3) IRAMAT UMR 7065, CNRS/NIMBE UMR 3685,
CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, Gif-sur-Yvette

→ Nous invitons le lecteur à lire au préalable le chapitre 2.1.2 sur la formalisation des données.

Aux époques anciennes, les produits métalliques circulaient sous diverses formes (métal brut, produits intermédiaires, produits finis) entre les sites de réduction des minerais de fer et les contextes de consommation. Les ressources minérales pouvaient également faire l'objet de déplacement, spécifiquement dans un objectif d'approvisionnement pour la production métallique, mais aussi pour d'autres usages, comme les pigments ou la pharmacopée. En archéologie des métaux, la question de l'origine des vestiges ferreux mobiliers est donc fréquemment soulevée et se rapporte à la recherche des lieux* de production à l'origine du métal ou des zones d'extraction des ressources. Ces informations de provenance participent à documenter, plus largement, les relations entre les sites qui procèdent de l'organisation de la production et de la circulation des produits, et à obtenir, plus indirectement, des indices sur les réseaux et les acteurs qui ont façonnées ces dynamiques.

Comme le souligne le chapitre 2.1.2, les études de provenance nous invitent à explorer les relations possibles entre les vestiges assignables à des contextes d'usage et d'activités métallurgiques (telles que l'exploitation des ressources, la production en atelier) sur différents sites. Les données utilisées pour ces analyses reposent sur les caractéristiques chimiques des matériaux qui portent les traces de l'environnement* chimique ayant présidé à la formation des artefacts. Ces caractéristiques ont ainsi la capacité de révéler les liens entre la source* et l'objet. Les propriétés de ces relations chimiques sont influencées par les processus physico-chimiques intervenant lors des étapes de transformation de la matière. Contrairement aux matériaux lithiques ou aux matières

colorantes, la fabrication des métaux ferreux implique une chaîne de transformation. Elle commence par la réduction du minerai de fer, un processus qui donne naissance à des scories, des éléments-résidus constitués de composés restant sous forme d'oxyde au cours de l'opération. En tant que déchets de la production, les scories sont retrouvées en quantité remarquable dans le paysage archéologique. Conjointement à la production des scories, une masse de métal se forme. Dans le contexte technique du procédé direct, qui prédomine jusqu'à la fin du Moyen Âge en Europe et persiste jusqu'au milieu du XX^{e} siècle dans certaines régions du monde, le métal produit reste sous forme solide. Il présente donc la particularité de contenir des particules de scorie qui se retrouvent piégées sous forme d'inclusions non métalliques tout au long du processus de fabrication (Mangin, 2004). Les « scories » et les « inclusions de scories » constituent ainsi des éléments clés pour comparer les activités métallurgiques et les productions. En outre, la relation avec les ressources minérales peut également être abordée, car la composition des scories et des inclusions dépend des caractéristiques chimiques des matières premières utilisées[1].

Ainsi, l'examen des compositions chimiques d'ensembles de scories, d'inclusions de scories ou de minerais conduit à l'élaboration de signatures* chimiques pour explorer et éprouver les relations entre les objets d'étude qu'ils représentent (par exemple, un site archéologique ; *cf.* 2.1.2). Ces signatures, définies par plusieurs variables chimiques, sont ensuite comparées à l'aide d'outils de la statistique multivariée afin d'identifier d'éventuels liens ou proximités (Leroy *et al.*, 2012 ; Charlton, 2015 ; Disser *et al.*, 2016 ; Caillaud, 2017). L'analyse repose alors sur un cadre méthodologique construit en fonction de la question posée, qui détermine l'échelle d'étude et soulève des enjeux relatifs à la représentativité des données dans une perspective historique.

1 Individus matériels, données primaires et variables mobilisées

Si l'analyse des correspondances chimiques entre les vestiges - depuis la source minérale jusqu'à l'objet fini - est possible en archéologie du fer, il faut pouvoir comprendre au préalable les différents types de contributions qui participent à la formation des artefacts. Ces contributions dépendent de la nature des matériaux utilisés dans la fabrication, tels que les minerais, le charbon de bois, les parois de four, les tuyères, et même les ajouts lors des phases de forge si l'on considère le cas des inclusions[2]. Les marqueurs chimiques présents, de « manière mélangée », dans la composition finale des scories et des inclusions peuvent être classés en deux grandes catégories. (1) Ceux qui proviennent initialement du minerai et sont absents, ou présents en concentration minoritaire dans les autres matériaux utilisés. (2) Ceux qui sont apportés de manière significative par l'ensemble des matériaux utilisés, au-delà du minerai, et qui se retrouvent exprimés dans les compositions finales. Les éléments de la catégorie 1 reflètent principalement l'empreinte de l'environnement chimique du minerai, tandis que ceux de la catégorie 2 expriment également les marqueurs de l'environnement technique lié au processus de fabrication. Les variables choisies pour les signatures sont généralement celles qui décrivent le dénominateur commun entre les environnements explorés dans la relation : gîte minéral-atelier de fabrication, atelier-site d'utilisation

[1] Voir un bilan des études référencées dans Leroy *et al.*, 2014.
[2] Voir plusieurs publications à ce sujet : Crew, 2000, Desaulty *et al.*, 2007, Leroy *et al.*, 2014.

(ou de découverte), ou encore gîte-atelier-site, voire site-site, atelier-atelier, etc. Le choix de ces relations dépendra aussi de l'échelle d'étude adoptée pour répondre à la question posée (*cf.* 2.1.2). De plus, les rapports de concentrations sont souvent privilégiés aux teneurs élémentaires elles-mêmes car permettent d'exprimer la relation chimique entre la ressource et l'objet dans une représentation invariante. Cela signifie qu'ils abstraient l'effet d'enrichissement chimique survenant lors de la réduction du minerai. Ainsi, les empreintes chimiques d'individus matériels* de nature différente peuvent être comparées dans un rapport direct. La composition de chaque échantillon cible sera obtenue à l'aide de différentes techniques analytiques[3]. Les enjeux d'interopérabilité des données seront cruciaux si les mesures résultent de l'utilisation de protocoles analytiques différents.

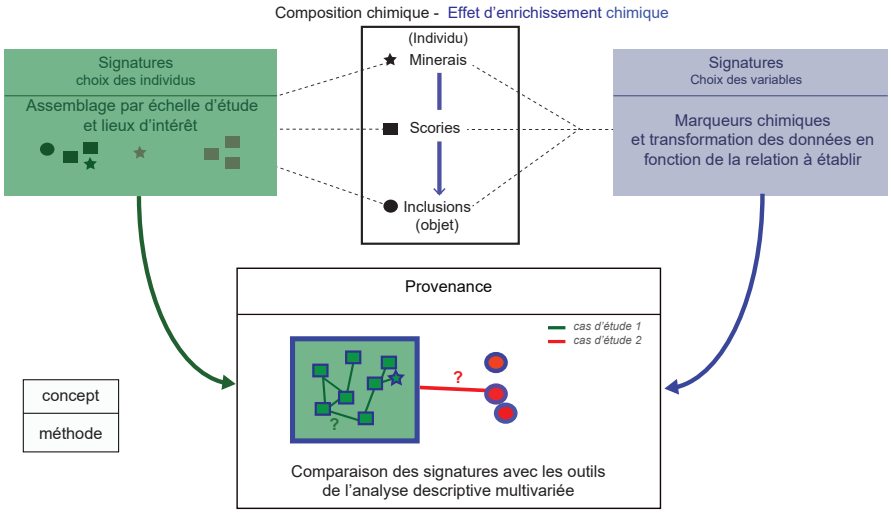


FIG. 1 : Individus et type de relation engagée dans la construction et la comparaison des signatures chimiques.

Dans la statistique multidimensionnelle, les variables sous forme de rapports peuvent être obtenues en divisant les teneurs élémentaires par un élément servant de standard* interne pour l'ensemble, puis en appliquant une échelle logarithmique pour les mettre à l'unité (Leroy *et al.*, 2012). Cette transformation est nommée log-ratio (*cf.* 4.1.3). Le standard généralement choisi est la moyenne géométrique des teneurs élémentaires des éléments en affinité avec l'oxygène, que l'on retrouve en majorité dans la scorie. Les éléments sidérophiles ainsi que les valeurs en limite de détection sont souvent exclus afin d'éviter une variabilité artificielle, qui pourrait être imputée au partitionnement élémentaire ou aux incertitudes de mesure. Cependant, cette transformation n'est pas la seule solution pour la mise en comparaison, et il est donc essentiel de réfléchir systématiquement sur la pertinence des variables choisies pour décrire le phénomène

[3]Les techniques analytiques employées sont alors différentes : par exemple, INAA, ICP-MS, ICP-AES et/ou XRF (voir MEB-EDS) pour les individus macroscopiques du type minerai et scorie, LA-ICP-MS et/ou MEB-EDS pour les individus microscopiques de type inclusion.

ciblé. Par exemple, si l'on s'intéresse aux relations de type minerai-minerai (c'est-à-dire sans chercher à identifier les signatures dans les objets, comme les artefacts), la comparaison peut être effectuée directement avec les teneurs élémentaires, plutôt qu'avec les rapports, puisque la comparaison opère déjà dans un rapport direct. Ces variables peuvent également être transformées si l'on souhaite éliminer des effets de variabilité chimique, comme ceux liés aux concentrations en fer, par exemple. Cette approche peut se rapprocher de l'analyse des sources des matières colorantes (*cf.* 2.1.4). Du choix qui sera fait, dépendra un niveau de variabilité des signatures à partir duquel les correspondances possibles entre les données seront interprétées. Si les variables choisies sont associées à des ordres de grandeur différents, il sera nécessaire de normaliser l'ensemble pour le mettre à l'échelle de l'unité (étape de normalisation*) comme expliqué dans le chapitre 2.1.2.

2 Construction et description des signatures

L'observateur élabore les signatures en fonction de la question posée, et les caractéristiques (ordre de grandeur, variabilité) de chaque signature dépendent du type et du nombre de variables chimiques mobilisées, du niveau d'assemblage* des individus matériels, ainsi que des environnements géologiques et/ou techniques des échantillons. Si l'intérêt est de déterminer la provenance de minerais (ou de roches ferrifères) retrouvés en contexte archéologique[4], on peut chercher à obtenir les signatures d'ensembles de minerais qui seraient en capacité de refléter les caractéristiques chimiques des zones géologiques d'intérêt. Les variables utilisées dans ce cas seront principalement les concentrations élémentaires (normées) des individus regroupés selon les enjeux d'échelles géographiques qui seront investies pour l'interprétation. Le nombre d'individus mobilisés pour chaque signature peut varier, en fonction de la disponibilité des données dans le corpus archéologique et/ou géologique, ainsi que de l'accès aux mesures effectuées. Les variabilités et hétérogénéités chimiques de chaque ensemble devront être décrites avant de pouvoir envisager leur association à une unité source*, permettant une comparaison avec d'autres ensembles (*cf.* 2.1.2). Si l'on cherche à déterminer la provenance d'un objet en contexte d'usage, l'étude peut porter sur des zones de production et/ou des ressources minérales pour les hypothèses sources. Dans ce cas, l'observateur utilisera un ensemble de données inclusions pour représenter la signature objet[5], un ensemble de déchets (souvent des scories) pour la production en ateliers[6], et des minerais géologiques pour les zones de ressources minérales. Les signatures ainsi obtenues refléteront l'environnement chimique lié à chaque lieu, à différentes échelles possibles : du site, à un ensemble de sites, voire une zone géographique plus étendue si l'étude le requiert (*cf.* 2.1.2). La focale d'observation sera guidée par la problématique spécifique à l'étude. Par exemple, si l'objectif est d'évaluer le rôle d'une région sidérurgique dans la dynamique d'un réseau commercial du métal, une échelle spatiale étendue, incluant possiblement des géographies distantes, pourra être

[4] Voir l'exemple qui traite du commerce antique des minerais de fer, et plus largement des oxydes de fer en Méditerranée dans Pagès *et al.* (2020).

[5] Qui peuvent se compter, en pratique, par dizaines analysées pour un seul objet.

[6] Inclure d'autres éléments de type minerai ou métal associé à la production des sites peut être envisagé dans les cas les plus favorables. Cela nécessitera néanmoins une vérification préalable de la compatibilité des signatures entre ces différents individus.

mobilisée pour la comparaison des signatures. Dans ce cas, des signatures de « régions de production » pourront être utilisées, représentant les différentes zones. Pour ces deux derniers exemples, les rapports de concentrations seront choisis comme variables pour permettre une comparaison directe des signatures, et les éléments chimiques de la catégorie 1 (caractérisant plutôt les environnements géologiques que techniques) seront privilégiés pour décrire les signatures. Cette approche permet de réduire les effets de variabilité liés aux procédés de fabrication, tout en conservant l'empreinte chimique spécifique de chaque source. Utiliser les deux catégories d'éléments ou un autre type de sélection parcellaire n'est pas exclu, mais cela nécessitera de prendre en compte la multiplicité des informations exprimées par les empreintes chimiques des signatures (pour la notion de champ de variabilité des signatures *cf.* 2.1.2). Il est important de rappeler que les correspondances identifiées à travers l'analyse statistique ne sont valables que par rapport au référentiel* mobilisé pour l'étude. Dans un autre contexte, l'observateur peut se concentrer uniquement sur les données relatives à des objets, produits ou artefacts, sans chercher à les relier à des ressources spécifiques. La comparaison des signatures permettra alors d'identifier les caractéristiques communes ou distinctes en lien avec leurs provenances. Ce type de démarche a été utilisé pour évaluer la diversité des approvisionnements en fer dans des chantiers de construction médiévaux (par exemple L'Héritier *et al.* (2020) pour le cas de la cathédrale de Bourges ; Hendrickson & Leroy (2020) pour les temples à Angkor) ou pour l'approvisionnement en métal pour la fabrication d'armures médiévales (Bérard *et al.*, 2020).

Chaque signature ainsi construite est définie par son propre tissu d'hétérogénéités chimiques, et la capacité de chacune à représenter une unité* source dans l'analyse statistique repose sur deux aspects essentiels : la cohésion chimique au sein de l'unité et les discontinuités des données entre les unités (*cf.* 2.1.2). Cette propriété peut être observée une fois que la mise en comparaison des signatures a été réalisée dans le cadre d'une focalisation d'observation. Cette étape d'analyse est cruciale, car les variabilités chimiques associées aux environnements à l'origine des signatures peuvent être importantes et indiquer la présence de plusieurs unités sources potentielles.

3 Comparaison des signatures chimiques et possibilités d'interprétation

Les outils de l'analyse descriptive multivariée permettent de caractériser les ordres de grandeur des signatures chimiques, d'identifier les variations entre les données et de décrire les phénomènes de variabilité. Pour comparer ces signatures, l'analyse factorielle (*cf.* 6) peut être appliquée. L'interprétation des correspondances repose alors principalement sur la visualisation graphique de la répartition des individus dans un nuage de points et sur l'analyse des liens linéaires entre les variables (étude de cas n°1). Dans d'autres configurations, des outils de classification* peuvent être utilisés, comme l'analyse discriminante, qui peut servir de méthode explicative, sans pour autant être employée à des fins de classement (*cf.* 10) Cette approche est pertinente lorsque l'observateur choisit d'intégrer l'information unité source comme a *a priori* dans l'analyse (étude de cas n°2). Dans l'observation statistique, on cherchera le plus souvent à mettre en relation des signatures d'origine inconnue avec des unités sources

définies, c'est-à-dire à partir d'un référentiel de comparaison. Toutefois, ce référentiel, lorsqu'il est projeté dans l'analyse statistique, demeure souvent incomplet et donc imparfait dans son rapport historique, dans la mesure où certaines sources possibles peuvent ne pas être connues ou intégrées dans la grille de lecture (*cf.* 2.1.2, §4.2). Pour des échelles d'étude larges, ce caractère lacunaire du référentiel rend difficile, voire inopérante, l'application d'outils de classement, puisqu'on ne peut affecter des observations qu'à des classes définies. Cela peut conduire à des erreurs d'attribution dans les comparaisons. C'est notamment le cas dans :

- Les analyses prédictives (par exemple l'analyse discriminante avec objectif d'affectation, ou la régression logistique)[7] (*cf.* 10),
- L'utilisation de la méthode des individus supplémentaires en Analyse en Composantes Principales (ACP), qui permettrait d'attribuer *a posteriori* un objet inconnu (considéré comme individu supplémentaire) aux sources définies dans le référentiel utilisé (*cf.* 6).

Même si ces méthodes prédictives ne sont pas toujours directement opérantes dans notre cadre de recherche impliquant des référentiels partiels, elles peuvent néanmoins offrir un intérêt en tant qu'outils exploratoires pour mieux appréhender les structures statistiques présentes dans les données.

4 Cas d'étude 1 : Comment définir chimiquement les activités métallurgiques au sein d'un espace géographique ? L'exemple de l'est du Bassin Parisien

Lorsque l'étude s'interesse aux ressources minérales exploitées au sein d'un espace géographique et cherche à en caractériser les signatures chimiques, il faut pouvoir s'interroger sur les variabilités de composition liées aux conditions de formation du gîte de minerai. Ces derniers font intervenir une très grande variété de facteurs : volcanisme, processus tectoniques, érosion, pédogénèse, action de bactéries… La Lorraine est une parfaite illustration de la diversité gîtologique des minerais de fer, qui peuvent être classés en trois catégories principales : minerais sédimentaires, d'altération et filoniens. Cette région constitue la partie orientale du bassin sédimentaire parisien, bordée par le massif hercynien des Vosges. Les niveaux affleurants du bassin sont constitués d'épisodes de sédimentation s'étalant sur plus de 100M années. On imagine aisément que les minerais sédimentaires qui se sont formés successivement à différentes périodes (par exemple Toarcien-Aalénien, Bajocien et Callovien) dans cet intervalle présentent des caractéristiques chimiques distinctes, du fait de conditions gîtologiques différentes. D'autres gîtes se sont formés par lessivage de roches en surface, conduisant à la formation d'une cuirasse latéritique. C'est le cas du « fer fort », constitué au Tertiaire. Enfin, des minerais de fer filoniens ont été exploités dans les roches cristallines (granites) sur le versant occidental des Vosges.

Certains gisements lorrains occupent des surfaces de plusieurs centaines de kilomètres carrés tandis que d'autres montrent des dimensions réduites, de l'ordre de quelques

[7] Des cas sont présentés dans Leroy, 2010 (p. 232-250) pour l'AFD avec classement. On pourra également se référer au chapitre 2.1.4 sur les matières colorantes.

dizaines de mètres. Par ailleurs, plusieurs minerais de signatures chimiques distinctes peuvent se trouver très proches les uns des autres et être exploités par un même site de réduction. La complexité des modalités d'approvisionnement en minerai qui résulte de ces conditions impose de procéder à une analyse descriptive des données chimiques. Afin de déterminer si les minerais exploités aux époques anciennes pouvaient être distingués chimiquement, une analyse descriptive de données a été réalisée par ACP (*cf.* 6) sur les variables.

4.1 Données à disposition et variables

Le corpus est ainsi composé de 32 échantillons de minerai et 156 échantillons de scorie. Dans cet exemple[8], nous considérerons comme variables les log-ratios impliquant 18 éléments chimiques. La composition chimique des principaux minerais de fer lorrains est fortement typée en ce qui concerne les éléments majeurs (principalement aluminium, phosphore et calcium). Cette particularité nous a conduits à les intégrer à la fouille de données. Les variables comportent donc 7 éléments majeurs et 11 éléments traces. Cent dix-huit individus (minerais et scories de réduction) provenant d'une cinquantaine de sites de réduction constituent la population étudiée. Ces données correspondent à des extensions spatiale (une zone comprise entre le cours de la Meuse et les Vosges) et chronologique (du Hallstatt final au bas Moyen Âge) importantes.

4.2 Observations et possibilités d'interprétation

Les corrélations entre variables (log-ratio) et individus reflètent dans une certaine mesure la nature des gisements (Figure 2). L'analyse met en évidence quatre « faisceaux » d'éléments corrélés, reflétant les caractéristiques chimiques dominantes de la population considérée. Par exemple, les activités liées au minerai aalénien (sédimentaire, carrés blancs) sont fortement corrélées au calcium, d'origine détritique (en particulier les tests d'animaux marins). Le log-ratio de l'aluminium est fortement corrélé à celui du lanthane lanthane ; ces éléments sont tous deux présents en proportions importantes dans le minerai du valanginien (étoiles), et des scories issues de la réduction de celui-ci. Enfin, les log-ratios de l'uranium, du silicium et du manganèse sont fortement corrélés ; ceci est dû en grande partie aux caractéristiques chimiques du minerai filonien des Vosges (cercles blancs). Le traitement multivarié montre bien dans ce cas l'influence des conditions gîtologiques sur la signature chimique des activités métallurgiques. Il faut noter que les composantes 1 et 2 constituant le plan factoriel présenté en exemple n'expriment qu'une proportion restreinte (61,02%) de la variance totale des données. Il est donc préférable de considérer un nombre plus important de composantes pour éviter de traiter une information lacunaire. Pour cela, la classification des données a été effectuée par Classification Ascendante Hiérarchique (CAH) (*cf.* 9) sur les coordonnées des individus sur les plans factoriels de l'ACP, en analysant les pertes d'inertie (*cf.* 6). Cette sélection des premières composantes aide à s'affranchir du bruit potentiellement généré par certaines caractéristiques du jeu de données (par exemple, erreurs de mesure des teneurs chimiques). Il a permis d'isoler sept classes,

[8] Cette étude est présentée en détail dans Disser *et al.* (2016) et Disser *et al.* (2017). Le lecteur pourra notamment trouver le tableau complet des données de composition en ligne : (Onglet Supporting Information, Table S1).

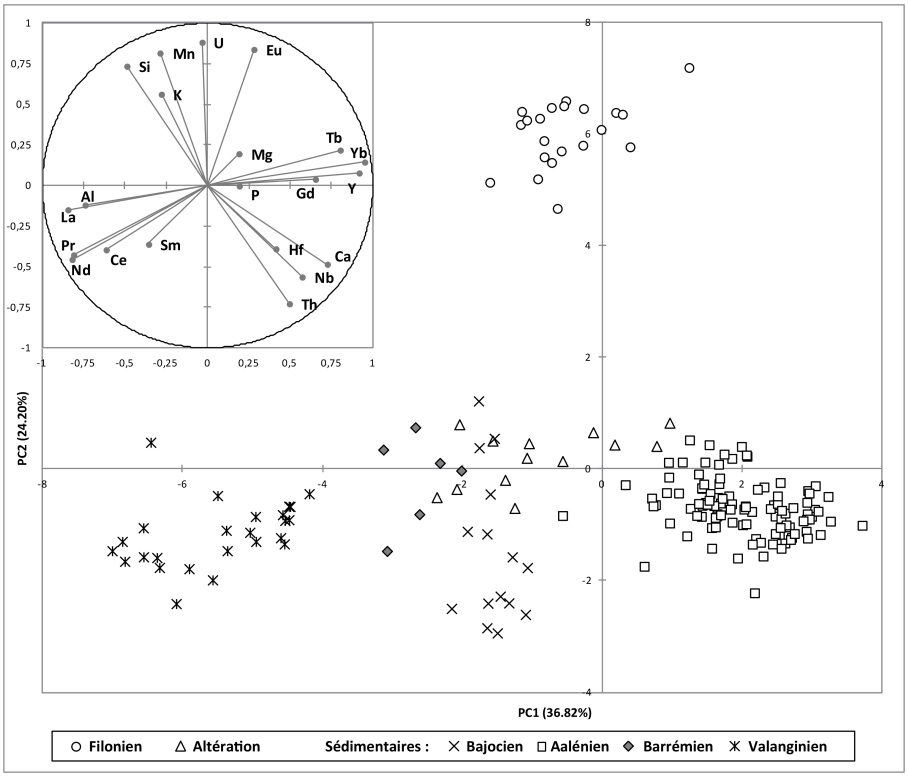


FIG. 2 : Projection, sur le plan défini par les deux premiers facteurs d'une ACP, des individus (scories et minerais) du corpus lorrain. La symbologie représente le type de minerai associé à l'individu.

représentant autant d'ensembles de production. Il est néanmoins important de souligner que le risque d'un découpage artificiel des classes n'est pas nul, car la qualité des résultats de la classification repose sur la nécessité d'une cohésion interne des classes et isolement entre classes[9], ce qui n'est pas toujours le cas pour nos études. Dans notre exemple, il a été possible d'identifier le minerai utilisé pour chacun de ces ensembles. Les ensembles chimiques formés sont recontextualisés d'après les sites archéologiques qui les composent, et peuvent être considérés comme des sources fiables pour déterminer l'origine du métal en circulation.

5 Cas d'étude 2. Quelle fourniture en fer pour la construction monumentale ? L'exemple du Palais des Papes d'Avignon

Ce deuxième cas d'étude investit la question de la provenance du métal dans un contexte d'usage, ici lié à la construction monumentale monumentale du Palais des

[9] A ce titre, nous invitons le lecteur à lire la partie présentant les idées générales et les concepts courants de la classification sur la cohésion, l'isolement, le recouvrement, et la discontinuité des classes dans le chapitre 9 (§1 et 2).

Papes d'Avignon[10]. L'édifice, dont l'élévation débute en 1335, se distingue notamment par l'emploi massif du fer dans certaines parties de son architecture. Or, les sources textuelles ne précisent pas l'origine géographique de ce métal (Bernardi & Dillmann, 2006). Toutefois, les données historiques orientent l'analyse vers l'hypothèse d'un approvisionnement multiple. En effet, à la fin du Moyen Âge, Avignon s'insère dans un réseau de flux commerciaux, structuré par des circulations de biens en provenance de différentes régions de production, parfois éloignées (Verna, 2001 ; Leroy, 2010).

5.1 Données à disposition, variables utilisées, description des signatures

Les informations historiques, les données archéologiques disponibles et certaines particularités chimiques identifiées dans les inclusions du métal ont orienté notre attention vers trois régions historiquement reconnues pour leur production de fer au Moyen Âge : l'Ariège, la Lombardie et le Dauphiné (Braunstein, 2001 ; Verna, 2001). Ces régions ont ainsi été sélectionnées pour tester des hypothèses sur les sources d'approvisionnement potentielles. Des signatures chimiques représentatives, dites « Ariège », « Lombardie » et « Dauphiné », ont été construites, en lien avec la focale géographique de l'analyse. Ces signatures ont été établies à partir d'échantillons issus de contextes de réduction (scories, minerais), et de sites miniers (minerais) : 84 individus pour l'Ariège, 49 pour la Lombardie, 9 pour le Dauphiné[11]. Bien que le corpus du Dauphiné soit quantitativement limité et que les données ne soient pas toutes strictement médiévales, il a été intégré à l'analyse. En effet, les ressources analysées présentent des similitudes minéralogiques avec les minerais exploités durant la période concernée, ce qui permet de les mobiliser comme référentiel comparatif pertinent. Afin de limiter les sources de variabilités pour chacune des signatures, l'analyse s'est appuyée sur les log-ratios des éléments chimiques dits de catégorie 1, c'est-à-dire les éléments traces reflétant en priorité les caractéristiques des ressources minérales. Douze éléments ont été retenus : Y, Nb, Cs, La, Ce, Nd, Sm, Eu, Yb, Hf, Th, U. Chaque ensemble a été analysé à l'aide d'une CAH, éventuellement couplée à une ACP, comme décrit dans le cas d'étude précédent, pour en décrire le tissu d'hétérogénéités internes[12] et de vérifier la capacité de chaque groupe à constituer une unité source cohérente pour l'échelle d'étude. La signature « Lombardie » présente une variabilité notable, principalement liée à l'utilisation de données de minerais proches des limites de détection analytique. Toutefois, une fois mise en comparaison avec les autres groupes, sa population statistique conserve une cohésion suffisante pour constituer un ensemble représentatif de cet espace géographique (Figure 3).

Les fers-objets qui ont été soumis à l'étude sont issus de quatre parties différentes du palais : la tour des Latrines (construite en 1338) (échantillons se1, ec2, ec3, eg1, eg3), la tour de Trouillas (achevée en 1347) (échantillon TRSud), le Grand Promenoir (achevé en 1351) (échantillon GP3-4), et la galerie du Conclave (construite en 1360) (échantillons AVT4, AVT5). Pour chacun de ces objets, les signatures chimiques ont

[10] Cette étude est présentée en détail dans Leroy (2010) et Leroy *et al.* (2012).

[11] Les données pour l'Ariège et la Lombardie sont disponibles dans Leroy (2010) et correspondent à des sites en exploitation à l'époque médiévale. Celles du Dauphiné ont été extraites de la base PalSid et sont associées aux scories du site de la Pelouse (XVII^{e} siècle) qui appartient à l'ensemble sidérurgique et minier riche des environs d'Allevard, en exploitation depuis le Moyen Âge.

[12] Voir les résultats de cette analyse pour l'Ariège et la Lombardie respectivement en p. 220 et p. 224 dans Leroy (2010).

été établies à partir de 8 à 15 inclusions métalliques (formant une unité objet). Au total, douze ensembles de population, certains marqués par une représentativité imparfaite eu égard du concept d'intérêt, ont été mobilisés dans l'analyse comparative.

5.2 Choix de l'outil statistique pour la comparaison des signatures

La question de la provenance implique de comparer chaque signature « fer » à l'ensemble des signatures régionales de référence. L'échelle de construction supervisée des signatures nous a conduits à définir, pour chacune, une unité source : il s'agit d'un ensemble de données cohérent (une classe), sur lequel repose l'analyse statistique comparative. Dans ce cadre, l'analyse discriminante, utilisée dans son approche géométrique (c'est-à-dire comme analyse factorielle *cf.* 6) présente plusieurs avantages. Cette méthode permet d'exploiter l'information *a priori* liée aux unités définies (sources ou objets), en considérant que les individus qui les composent sont suffisamment proches pour former des groupes statistiques consistants. L'intérêt de cette approche tient aussi à sa capacité à renforcer les différences entre groupes, en ciblant les rapports de distinction entre signatures, plutôt que de décrire l'ensemble des variabilités chimiques internes aux données. Cette approche se révèle particulièrement pertinente dans notre cas, où les signatures de l'Ariège et de la Lombardie présentent des environnements chimiques très proches, ce qui rend difficile leur distinction par des méthodes exploratoires classiques[13]. Cependant, il est essentiel de souligner que le pouvoir discriminant de cette méthode peut être biaisé par différents facteurs (*cf.* 10), notamment lorsqu'un faible nombre d'individus est mobilisé pour la définition d'une signature. Dans de tels cas, l'analyse peut suggérer des différences marquées entre signatures, alors même que ces dernières pourraient être compatibles d'un point de vue chimique.

5.3 Résultats, observations et interprétation

Les résultats de la comparaison sont principalement interprétés à partir du premier plan factoriel issu de l'analyse discriminante, défini par les axes F1-F2 (Figure 3). L'analyse se concentre à la fois sur les regroupements internes à chaque signature, permettant de qualifier leur cohésion, et sur les distances inter-groupes, qui rendent compte des distinctions chimiques entre signatures. Ces interprétations reposent sur les corrélations linéaires entre les variables qui structurent les domaines de spécificité chimique. La signature « Lombardie » ne recouvre aucun autre domaine chimique, ce qui permet d'écarter cette source comme provenance possible pour les fers étudiés. Notons que, dans ce cas précis, la variabilité chimique reconnue au sein de la signature lombarde ne compromet pas l'interprétation : elle reste contenue dans un domaine suffisamment cohérent pour soutenir la distinction. Les fers provenant de la galerie du Conclave et de la tour de Trouillas présentent quant à eux des signatures chimiques qui présentent une zone de recouvrement. Leur proximité dans l'espace factoriel suggère une compatibilité chimique forte. Ces signatures montrent également une certaine proximité avec celle du Dauphiné, bien qu'une distinction reste perceptible. Cependant, la faible taille de ces deux populations limite la robustesse statistique de cette

[13] Ainsi, le découpage de la donnée en utilisant la classification non supervisée risque d'être en partie artificiel (*cf.* 9.1), tout comme l'interprétation issue du résultat de l'ACP (*cf.* 6). Nous invitons le lecteur à tester lui-même ces observations en utilisant les jeux de données disponibles dans Leroy (2010).

observation. L'augmentation du nombre d'individus analysés permettrait de tester plus rigoureusement la stabilité et la portée de ces proximités chimiques.

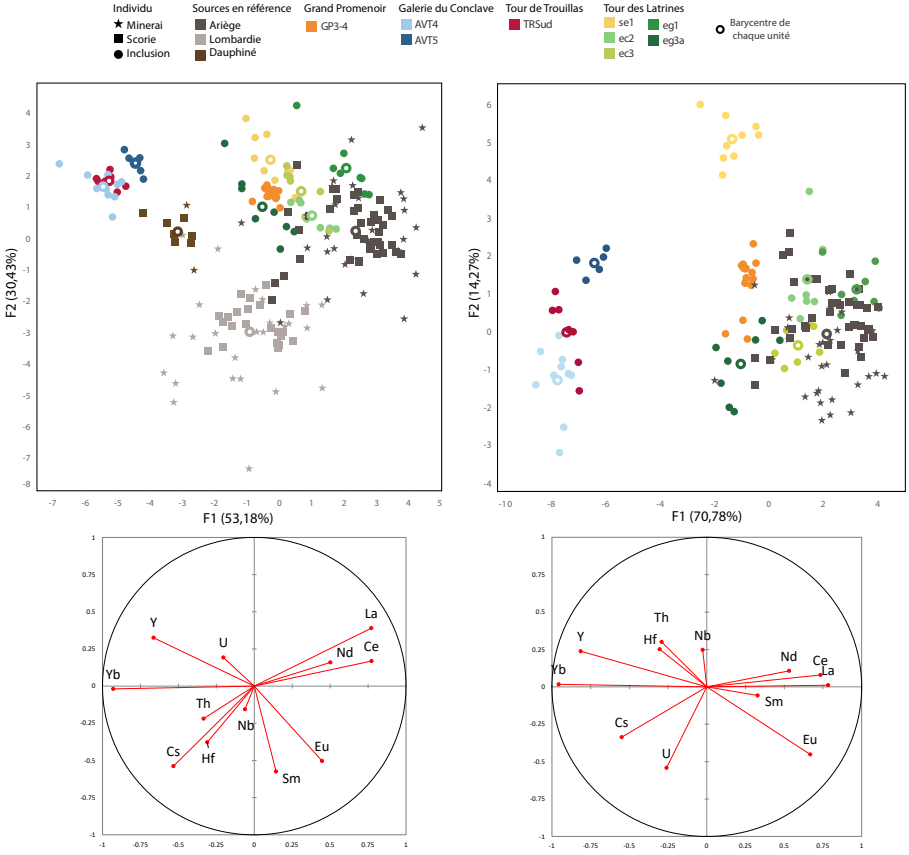


FIG. 3 : Projections sur le premier plan discriminant des résultats de l'analyse discriminante. Deux analyses sont réalisées ; la première (gauche) incluant toutes les classes, la deuxième (droite) focalise l'analyse sur la comparaison Ariège-fers.

Les recouvrements multiples observés à proximité de la signature « Ariège » ont conduit à une nouvelle mise en interaction des données, cette fois à une échelle d'observation plus réduite (Figure 3 ; droite). Le résultat montre des recouvrements chimiques entre les signatures attribuées à cette région et celles des fers provenant du Grand Promenoir et de la tour des Latrines, à l'exception notable de l'échantillon se1[14]. Un retour sur une comparaison en analyse bivariée[15] a permis de confirmer la correspondance des composantes chimiques. Autrement dit, les environnements chimiques des ressources exploitées en Ariège et ceux des fers analysés présentent de fortes similitudes. Il n'est donc pas exclu qu'une partie de la production métallique issue de l'« Ariège » ait pu alimenter à la fin du Moyen Âge un circuit de diffusion du métal destiné à des usages

[14] Seul échantillon qui provient de la partie sud de la tour des Latrines.
[15] Dont le résultat est disponible dans Leroy (2010).

en contexte plus éloigné, dont celui qui relève de la construction monumentale à Avignon. Par ailleurs, les stratégies d'approvisionnement mises en œuvre pour le chantier du Palais des Papes semblent avoir pu varier selon les périodes de construction. Les fers issus de la tour des Latrines et du Grand Promenoir, qui partagent des signatures similaires, pourraient refléter une même phase ou un même circuit d'approvisionnement. À l'inverse, les échantillons provenant de la tour de Trouillas et de la galerie du Conclave relèveraient d'un autre domaine d'approvisionnement pour lequel une piste actuelle renverrait vers le « Dauphiné ».

6 En conclusion

Les deux cas d'étude présentés ici ne constituent qu'un aperçu limité des possibilités d'analyse des relations en contexte de provenance dans le champ de la métallurgie du fer. D'autres configurations sont envisageables, notamment la mise en correspondance entre des signatures issues d'ateliers de production, dans l'optique d'interroger l'organisation technique ou les évolutions inscrites dans la durée à l'échelle d'un territoire. Dans de tels cas, les critères de sélection des échantillons, le type de données mobilisées et les variables retenues diffèrent nécessairement de ceux mis en œuvre ici. Quelles que soient les modalités adoptées, il est essentiel de rappeler que les interprétations ne peuvent reposer uniquement sur les résultats de ce type d'analyse. Le croisement avec d'autres sources d'information, qu'elles soient archéologiques, historiques ou techniques, est fondamental pour construire une lecture argumentée. C'est en définitive la cohérence de l'ensemble, replacée dans un cadre de compréhension historique, qui pourra faire sens. Dans un contexte où les jeux de données sont fréquemment fragmentaires et hétérogènes, le risque d'erreurs d'interprétation demeure. L'expérience acquise dans l'usage de ces outils constitue alors un facteur clé : elle permet non seulement d'en évaluer les apports, mais aussi d'en apprécier les limites dans les processus d'attribution de provenance.

En résumé :

- Pensez à sélectionner vos variables en fonction des caractéristiques chimiques en capacité de témoigner de la relation à établir.
- Vérifier la qualité des jeux de données est essentiel. Par exemple, les valeurs en limite de détection sont courantes (surtout pour les minerais) et induisent des écarts (et variabilités) au profil chimique. Il faudra alors faire le choix de les conserver ou de les supprimer.
- Méfiez-vous des analyses prédictives dans ce contexte précis puisque les référentiels utilisés en comparaison sont souvent incomplets (sources non envisagées et/ou non représentées).

- N'hésitez pas à évaluer la pertinence de vos résultats par plusieurs approches statistiques. Cette pratique vous aidera non seulement à éprouver vos jeux de données mais aussi les raisonnements que vous testez.